

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-327360

(43)Date of publication of application : 28.11.2000

(51)Int.Cl.

C03B 37/018

G02B 6/00

(21)Application number : 11-145705

(71)Applicant : FUJIKURA LTD

(22)Date of filing : 25.05.1999

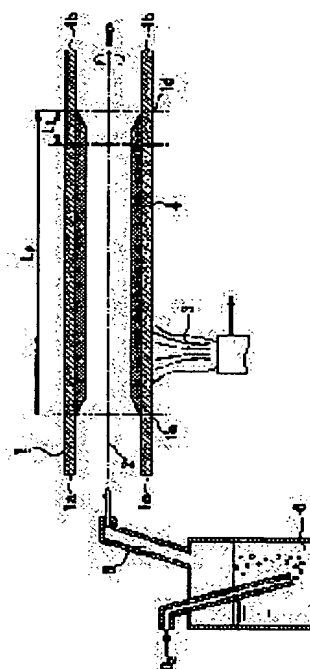
(72)Inventor : AIKAWA KAZUHIKO  
SUZUKI TAKAAKI  
WADA AKIRA

## (54) PRODUCTION OF OPTICAL FIBER PREFORM

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an optical fiber preform of low transmission loss.

SOLUTION: A method for producing the subject optical fiber comprises producing and depositing a glass 4 on the inner wall of a quartz tube 1 by heating the quartz tube 1 through the reciprocating motion, along the longitudinal direction of the quartz tube 1, of a heat source 3 furnished outside the quartz tube 1 while allowing a glass material stock gas 5 to flow inside the quartz tube 1; wherein the flow of the stock gas 5 inside the quartz tube 1 is raised just before the heat source 3 reached the turning point 1d and turns back; alternatively, the temperature of the heat source 3 may be lowered just before the heat source 3 reaches the turning point 1d.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-327360

(P2000-327360A)

(43) 公開日 平成12年11月28日 (2000. 11. 28)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C 0 3 B 37/018

G 0 2 B 6/00

識別記号

3 5 6

F I

C 0 3 B 37/018

G 0 2 B 6/00

テームコード (参考)

B 4 G 0 2 1

3 5 6 A

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平11-145705

(22) 出願日 平成11年5月25日 (1999. 5. 25)

(71) 出願人 000005186

株式会社フジクラ

東京都江東区木場1丁目5番1号

(72) 発明者 愛川 和彦

千葉県佐倉市大崎1440番地 株式会社フジ

クラ佐倉工場内

(72) 発明者 鈴木 孝昭

千葉県佐倉市大崎1440番地 株式会社フジ

クラ佐倉工場内

(74) 代理人 100084908

弁理士 志賀 正武 (外3名)

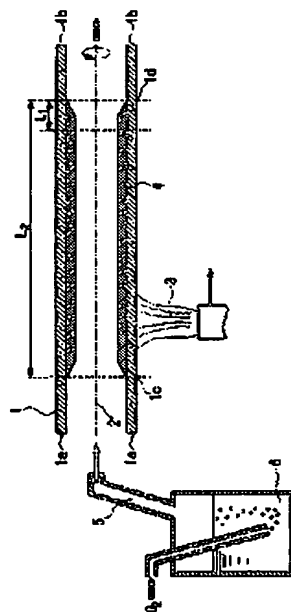
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光ファイバ母材の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 低伝送損失な光ファイバ母材を提供する。

【解決手段】 石英管1の内側にガラス材料の原料ガス5を流通させながら、石英管1の外側に設けた熱源3を石英管1の長さ方向に沿って往復させて石英管1を加熱して、石英管1の内壁にガラス4を生成、堆積させる光ファイバ母材の製造方法において、熱源3が折り返し位置1dに到達し折り返す直前に、石英管1内の原料ガス5流量を増加させる。熱源3が折り返し位置1dに到達する直前に、熱源3の温度を低下させてもよい。



BEST AVAILABLE COPY

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 石英管の内側にガラス材料の原料ガスを流通させながら、石英管の外側に設けた熱源を石英管の長さ方向に沿って往復させて石英管を加熱して、石英管の内壁にガラスを生成、堆積させる光ファイバ母材の製造方法において、

熱源が折り返し位置に到達し折り返す直前に、石英管内の原料ガス流量を増加させることを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

【請求項2】 石英管の内側にガラス材料の原料ガスを流通させながら、石英管の外側に設けた熱源を石英管の長さ方向に沿って往復させて石英管を加熱して、石英管の内壁にガラスを生成、堆積させる光ファイバ母材の製造方法において、

熱源が折り返し位置に到達し折り返す直前の石英管内の原料ガス流量を、熱源が石英管の長さ方向に沿って進行している際の石英管内の原料ガス流量の2～4倍とすることを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

【請求項3】 石英管の内側にガラス材料の原料ガスを流通させながら、石英管の外側に設けた熱源を石英管の長さ方向に沿って往復させて石英管を加熱して、石英管の内壁にガラスを生成、堆積させる光ファイバ母材の製造方法において、

熱源が折り返し位置に到達する直前に、熱源の温度を低下させることを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

【請求項4】 熱源が折り返し位置に到達する直前に、熱源の温度を1000～2000℃/minの速度で低下させることを特徴とする請求項3に記載の光ファイバ母材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は光ファイバ母材の製造方法に関し、特に低伝送損失な光ファイバ母材を提供できるようにしたものである。

## 【0002】

【従来の技術】光ファイバ母材は、通常、VAD法やMCVD法等で製造されている。MCVD法は、図2に示すように、出発管として石英管1を用い石英管1をその中心軸2を中心として回転させながら、石英管端部1aから石英管1の内側に酸素、四塩化ケイ素、四塩化ゲルマニウム等のガラス原料ガスを流通させ、同時に石英管1を外側からバーナー等の熱源3で加熱して気相酸化反応をおこし、石英管1の内壁にシリカやドーパント等のガラス4を生成、堆積させる方法である。この場合、熱源3は原料ガスの流通方向と同じ向きに石英管1の長さ方向に沿って進行して石英管1を加熱し、原料ガスの下流側の折り返し位置1dに到達後折り返し、その温度を下げて原料ガス上流側の加熱開始位置1cまで戻る。この工程を数十回程度繰り返し、ガラス4が石英管1内壁に堆積した後、石英管1をさらに高温状態にしてコラプ

スを行い、光ファイバ母材を得る。MCVD法は原料ガスを直接ガラス化させる方法であるので、使用する原料ガスは十分に精製された高純度のものが必要とされ、また、石英管1の内側に光ファイバの損失の原因となるような不純物が混入しないようにする必要があるが、比較的簡単なプロセスで高品質の光ファイバ母材を製造できる方法であるので、現在工業的に広く普及している。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、MCVD法において、熱源3が原料ガス下流側の折り返し位置1dまで到達した後折り返すと、折り返し位置1dの温度が急激に低下するので、外気が石英管端部1bから石英管1の内側にわずかに混入するという問題があった。このために、石英管1の内側に生成、堆積したガラス4は不純物を含み、その結果、図3に示すようにMCVD法で製造した光ファイバはVAD法で製造した光ファイバよりも1.55μm帯での伝送損失がわずかに大きく、また1.38μm付近に認められるOH吸収による損失も大きかった。

## 【0004】本発明は前記事情に鑑みてなされたもので、

MCVD法で光ファイバ母材を製造する際に、石英管内に混入する外気を低減させ、低伝送損失な光ファイバ母材を提供することを課題とする。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】請求項1の発明にあっては、石英管の内側にガラス材料の原料ガスを流通させながら、石英管の外側に設けた熱源を石英管の長さ方向に沿って往復させて石英管を加熱して、石英管の内壁にガラスを生成、堆積させる光ファイバ母材の製造方法において、熱源が折り返し位置に到達し折り返す直前に、石英管内の原料ガス流量を増加させることによって解決できる。この場合、熱源が折り返し位置に到達し折り返す直前の石英管内の原料ガス流量を、熱源が石英管の長さ方向に沿って進行している際の石英管内の原料ガス流量の2～4倍とすることが好ましい。請求項3の発明にあっては、石英管の内側にガラス材料の原料ガスを流通させながら、石英管の外側に設けた熱源を石英管の長さ方向に沿って往復させて石英管を加熱して、石英管の内壁にガラスを生成、堆積させる光ファイバ母材の製造方法において、熱源が折り返し位置に到達する直前に、熱源の温度を低下させることによって解決できる。この場合、熱源が石英管端部に到達する直前に、熱源の温度を1000～2000℃/minの速度で低下させることが好ましい。

## 【0006】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳しく説明する。本発明の光ファイバ母材の製造方法においては、光ファイバ母材の出発管として石英管を使用する。石英管は、得られる光ファイバの伝送損失をより低くするために高純度のものが使用され、通常合成石英管が使用される。

石英管の内側を流通させる原料ガスは、酸素ガスと、ケイ素、ゲルマニウム、リン等の塩化物やフッ化物等であり、 $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{SiF}_4$ 、 $\text{GeCl}_4$ 、 $\text{POCl}_3$ 等が使用される。これらのガスは、高純度の光ファイバ母材を得るために十分に精製された高純度のものであることが必要であり、酸素ガス中の $\text{H}_2\text{O}$ は100ppb以下に精製し、 $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{GeCl}_4$ 、 $\text{POCl}_3$ 、 $\text{SiF}_4$ 等は6N以上の純度ものが使用される。これらの原料ガスは石英管の外側に設けられたバーナー等の熱源で加熱され、気相酸化反応し、ガラス微粒子となり石英管の内壁に堆積する。

【0007】本発明の光ファイバ母材の製造方法を図1を用いて説明する。出発管の石英管1をその中心軸2を中心として回転させながら、石英管1の内側に原料ガス5を流通させ、石英管1を外側からバーナー等の熱源3で加熱する。熱源3は、原料ガス5の流れの向きと同じ方向に石英管1の長さ方向に沿って進行する。石英管1内側を流通する原料ガス5は熱源3で加熱され、気相酸化反応し、 $\text{SiO}_2$ や $\text{GeO}_2$ 等のガラス4微粒子を生成する。この際の熱源3の温度は通常、1600～2000℃程度である。原料ガス5の供給は、例えば密閉容器内に $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{GeCl}_4$ 等の塩化物の液体原料6を入れ、その液体原料6中に酸素ガスを通常100～500ml/min程度の流量でバブリングさせ、酸素ガスに $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{GeCl}_4$ 等のガスを同伴させて石英管1内に導入し、流通させる方法等で行われる。この方法では、酸素ガスに同伴される $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{GeCl}_4$ 等のガスの流量は、使用する $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{GeCl}_4$ 等の液体原料6の温度と、その温度におけるこれらの蒸気圧によって決定される。 $\text{SiCl}_4$ 、 $\text{GeCl}_4$ 等の液体原料6は通常20～40℃の恒温槽中に設置され、使用される。

【0008】ここで石英管1を加熱する際、バーナー等の熱源3は原料ガス5の流通方向と同じ向きに石英管1の長さ方向に沿って進行して石英管1を加熱し、原料ガスの下流側の折り返し位置1dに到達後折り返し、その温度を下げて原料ガス上流側の加熱開始位置1cまで戻る。石英管1は熱源3が原料ガス5の流れの向きと同じ方向に進行している場合にのみ加熱される。これは、原料ガス5が熱せられ気相酸化反応して生成した $\text{SiO}_2$ 、 $\text{GeO}_2$ 等のガラス4微粒子は、より低温の部分へと進み、堆積する性質を持つためである。 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{GeO}_2$ 等のガラス4微粒子は原料ガス5とともに石英管1内を流れ、より温度が低い前方へと移動し、熱源3温度より十分低温の石英管1内壁に堆積する。その後、しばらくして進行してきた熱源3により加熱され透明なガラス4となる。熱源3の進行速度は通常100～200mm/min程度である。

【0009】ここで、熱源3が石英管1の長さ方向に沿って原料ガス5の流れの向きと同じ方向に進行し折り返

し位置1dに到達し折り返す直前に、石英管1内の原料ガス5流量を増加させる。これは、熱源3が折り返すとこれまで加熱されていた折り返し位置1dの温度が急激に低下し、折り返し位置1d付近の石英管1内を流通する原料ガス5の体積が収縮し、原料ガス5下流側の石英管端部1bから石英管1の内側に外気が混入してしまうのを防ぐためである。このように熱源3が折り返し位置1dに到達し折り返す直前に原料ガス5流量を増加させることによって、石英管1の折り返し位置1dの温度が急激に低下しても、水分等を含む外気が石英管1内に混入しないようにすることができる。

【0010】ここで、原料ガス5流量を増加させるタイミングは、熱源3が折り返し位置1dから折り返す直前であるが、具体的には、熱源3が加熱開始位置1cから折り返し位置1dに向かって進行し、図1のL<sub>1</sub>の範囲内を進行しているかまたは折り返し位置1dに到達した時点が好ましい。ここでL<sub>1</sub>は、加熱距離L<sub>1</sub>を90～100%進んだ後の範囲であり、さらに好ましくは、95～100%進んだ後の範囲である。原料ガス5の流量が多動するとガラス化が安定に進行しない場合があるので、熱源3がL<sub>1</sub>の範囲内に到達していない時点で原料ガス5流量を増加させると、得られる光ファイバ母材の特性が長手方向に安定せず不良率が高くなる場合がある。石英管1の加熱距離L<sub>1</sub>および折り返し位置1dは、製造する光ファイバ母材の大きさや石英管1の大きさに応じて適宜決定される。また、ここで原料ガス5流量を大きくすると外気の混入を防ぐことができるが、流量が大きすぎるとガラス化が安定に進行しない場合があり、また、経済的にも原料ガス5のコストが大きくなることから、熱源3が折り返し位置1dに到達し折り返す直前の石英管1内の原料ガス5流量は、熱源3が石英管1の長さ方向に沿って進行している際の石英管1内の原料ガス5流量の2～4倍とすることが好ましい。

【0011】また、熱源3が石英管1の折り返し位置1dに到達する直前に、熱源3の温度を低下させることによって、伝送損失の小さな光ファイバ母材を製造することができる。すなわち、熱源3が折り返し位置1dで折り返すと、折り返し位置1dの温度が急激に低下し、折り返し位置1d付近の石英管1の内側を流通する原料ガス5の体積が急激に収縮して小さくなり、その結果、石英管端部1bから石英管1内に外気が混入する。そこで、熱源3が折り返し位置1dに到達する直前に、熱源3の温度を低下させ、折り返し位置1dの温度が急激に低下せず徐々に低下するようにして、外気の混入を防ぐことができる。

【0012】ここで、熱源3の温度を低下させるタイミングは、熱源3が折り返し位置1dに到達する直前であるが、具体的には、熱源3が折り返し位置1dへ向かって進行し、図1のL<sub>2</sub>の範囲内を進行している時点が好ましい。ここでL<sub>2</sub>は、加熱距離L<sub>2</sub>を90%以上進ん

だ後の範囲であり、さらに好ましくは、95%以上進んだ後の範囲である。熱源3が折り返し位置1dに到達した時点では、熱源3の温度は低下している。熱源3の温度が変動するとガラス化が安定に進行しない場合があるので、熱源3が距離1、の範囲内に到達していない時点で熱源3の温度を低下させると、得られる光ファイバ母材の特性が長手方向に安定せず不良率が高くなる場合がある。また、ここで熱源3の温度を大きく低下させ周囲の外気温度と同程度まで低下させるとより外気の混入を防ぐことができるが、熱源3の温度が低くなりすぎると

10 熱源3の温度は500~1000℃程度に低下させることが好ましい。また、この場合1000~2000℃/minの速度で低下させることが好ましい。  
【0013】さらに折り返し位置1dにおいては、熱源3が折り返し位置1dに到達し折り返す直前に石英管1内の原料ガス5流量を増加させ、同時に熱源3が石英管端部1bに到達する直前に熱源3の温度を低下させることによって、より伝送損失の小さな光ファイバ母材を製造することができる。熱源3は折り返し位置1dで折り返した後その温度を下げて、加熱開始位置1cまで戻

20 る。その後熱源3の温度を上げ通常の温度に戻し、原料ガス5流量も通常の原料ガス5流量に戻した状態で再び原料ガス5と同じ方向に石英管1外側を長さ方向に進行して石英管1を加熱し、ガラス4を生成、堆積させる。このように原料ガス5を流通させながら熱源3を往復させることを数十回程度繰り返し、石英管1の内側にSiO<sub>2</sub>、GeO<sub>2</sub>等のガラス4層を形成する。その後、管をさらに高温状態にしてコラプスを行い、光ファイバ母材を得る。

【0014】このような光ファイバ母材の製造方法は、熱源3が折り返し位置1dに到達し折り返す直前に石英管1内の原料ガス5流量を増加させるので、熱源3が折り返して折り返し位置1dの温度が急激に低下し、折り返し位置1d付近の石英管1内側を流通する原料ガス5の体積が急激に収縮して小さくなくても、石英管端部1bから石英管1内に外気が混入しないようにすることができ、伝送損失の小さい高純度の光ファイバ母材を製造することができる。また、熱源3が折り返し位置1dに到達する直前に、熱源3の温度を低下させることによって、折り返し位置1dの温度が急激に低下しないようにして、外気の混入を防ぐこともできる。

【0015】

【実施例】以下、本発明を実施例をあげて具体的に説明する。

実施例1

高純度石英管1（内径28mm、外径32mm、長さ800mm）を出発管として、図1のようにして光ファイバ母材を製造した。まず、原料ガス5として、酸素、SiCl<sub>4</sub>、POCl<sub>3</sub>、SiF<sub>4</sub>を使用し、総流量200

0ml/minで、石英管1内に流通させた。次いで熱源3として1800℃のバーナーを石英管1の長さ方向に沿って、加熱開始位置1cから折り返し位置1dまで130mm/minの速度で進行させて石英管1を加熱した。バーナーが加熱距離12の90%まで進行した時点で、石英管1内の原料ガス5流量を4000ml/minとし2倍の流量に増加させた。その後バーナーは折り返し位置1dで折り返し、熱源3の温度を下げた状態で原料ガス5上流側の加熱開始位置1cに戻った。この工程を90回繰り返し、クラッド層の一部を製造した。この後、原料ガス5として、酸素、SiCl<sub>4</sub>、GeCl<sub>4</sub>を使用した以外は上述の方法と同様にしてこの工程を5回繰り返し、コアガラスを作成し、光ファイバ母材を製造した。この光ファイバ母材から製造した光ファイバの1.55μm帯の伝送損失は0.195dB/kmであり低損失であった。

【0016】実施例2

バーナーが石英管1の長さ方向に沿って進行し、加熱距離12の90%まで進行した時点で、石英管1内の原料ガス5流量を2倍の流量に増加させるかわりに、加熱距離12の90%まで進行した時点で、バーナーの温度を2000℃/minの速度で1000℃まで低下させた。その後バーナーは折り返し位置1dで折り返し、加熱開始位置1cに戻った。これ以外は実施例1と同様にして光ファイバ母材を製造した。この光ファイバ母材から製造した光ファイバの1.55μm帯の伝送損失は0.195dB/kmであり低損失であった。

【0017】比較例1

バーナーが石英管1の長さ方向に沿って進行し、石英管1全長の90%まで進行した時点で、石英管1内の原料ガス5流量を2倍の流量に増加させず、維持したままとした以外は実施例1と同様にして光ファイバ母材を製造した。この光ファイバ母材から製造した光ファイバの1.55μm帯の伝送損失は実施例1および2より大きく、0.210dB/kmであった。

【0018】

【発明の効果】本発明の製造方法は、石英管の内側にガラス材料の原料ガスを流通させながら、石英管の外側に設けた熱源を石英管の長さ方向に沿って往復させて石英管を加熱して、石英管の内壁にガラスを生成、堆積させる光ファイバ母材の製造方法において、熱源が折り返し位置に到達し折り返す直前に、石英管内の原料ガス流量を増加させる方法であるので、熱源が折り返して折り返し位置の温度が急激に低下し、折り返し位置付近の石英管内側を流通する原料ガスの体積が急激に収縮して小さくなくても、石英管内に外気が混入しないようにすることができ、伝送損失の小さい高純度の光ファイバ母材を製造することができる。また、熱源が折り返し位置に到達する直前に、熱源の温度を低下させることによって、折り返し位置の温度が急激に低下しないようにして、外

気の混入を防ぐこともできる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の光ファイバ母材の製造方法を示す説明する概略図である。

【図2】 MCVD法による光ファイバ母材の製造方法を説明する概略図である。

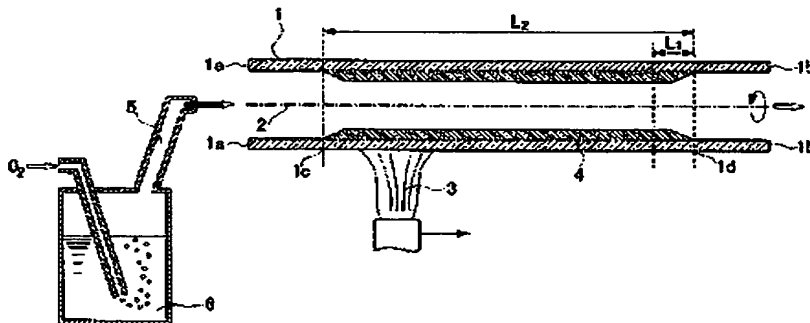
\*

\*【図3】 MCVD法およびVAD法で製造した光ファイバの伝送損失を示すグラフである。

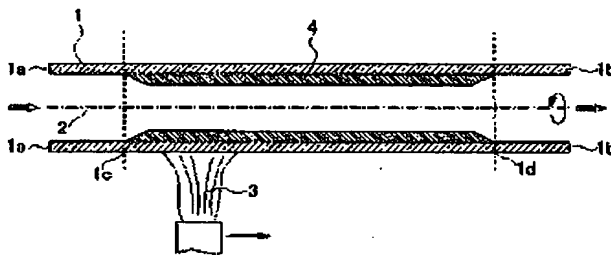
【符号の説明】

1…石英管、1a、1b…石英管端部、1c…折り返し位置、3…熱源、4…ガラス、5…原料ガス

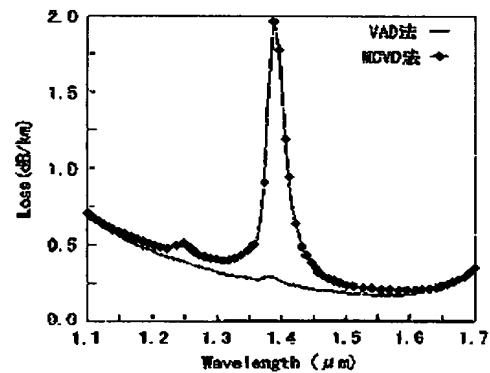
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(72)発明者 和田 朗

千葉県佐倉市六崎1440番地 株式会社フジ  
クラ佐倉工場内

Fターム(参考) 4G021 EA02 EB06 EB18 EB26

BEST AVAILABLE COPY